

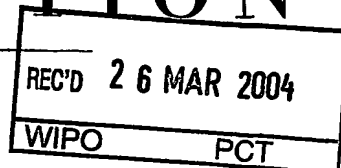


PCT/FR2004/000019

12 JAN. 2004

#C

BREVET D'INVENTION

**CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 06 JAN. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Martine PLANCHE

BEST AVAILABLE COPY

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE
page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W / 210502

REMISE DES PIÈCES DATE 13 JAN 2003 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0300317 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 13 JAN, 2003		NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE CABINET LAVOIX 2, Place d'Estienne d'Orves 75441 PARIS CEDEX 09	
Vos références pour ce dossier BFF 02/0156 <i>(facultatif)</i>			
Confirmation d'un dépôt par télécopie		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
2 NATURE DE LA DEMANDE		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
Demande de brevet		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire		<input type="checkbox"/>	
<i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____ <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° _____ Date _____			
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____			
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium pour l'élaboration d'un produit long et utilisation.			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date _____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)		<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique	
Nom ou dénomination sociale		COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme	
N° SIREN		071500763	
Code APE-NAF			
Domicile ou siège		Rue _____ Code postal et ville _____ 92400 COURBEVOIE Pays _____ FRANCE	
Nationalité		Française	
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		N° de télécopie <i>(facultatif)</i>	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			

Réserve à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

13 JAN 2003

LIEU

75 INPI PARIS

N° D'ENREGISTREMENT

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

0300317

DB 540 W / 210502

6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)		
Nom		
Prénom		
Cabinet ou Société		CABINET LAVOIX
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		
Adresse	Rue	2 Place d'Estienne d'Orves
	Code postal et ville	75441 PARIS CEDEX 09
	Pays	FRANCE
N° de téléphone (facultatif)		01 53 20 14 20
N° de télécopie (facultatif)		01 48 74 54 56
Adresse électronique (facultatif)		brevets@cabinet-lavoix.com
7 INVENTEUR (S)		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence): AG <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/>
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/>
Si vous avez utilisé l'imprimé «Sulte», indiquez le nombre de pages jointes		
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI
Ph. BLOT n° 98-0404 <i>Philippe Blot</i>		C. TRAN

L'invention concerne un procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium destiné à l'élaboration d'un produit long utilisé pour la réalisation d'éléments d'assemblages de combustible.

5 Les assemblages de combustible des réacteurs nucléaires refroidis par de l'eau légère, par exemple les réacteurs nucléaires refroidis par de l'eau sous pression (PWR) et les réacteurs nucléaires refroidis par de l'eau bouillante (BWR) ou encore les assemblages de combustible des réacteurs CANDU comportent des éléments constitués par un alliage de zirconium ayant la propriété d'avoir une faible absorption neutronique dans le cœur du
10 réacteur nucléaire.

Dans le cas des assemblages pour des réacteurs nucléaires de type PWR, les tubes de gainage des crayons de combustible et les plaquettes utilisées pour la fabrication des grilles entretoises de l'assemblage de combustible peuvent être réalisés en alliage de zirconium, en particulier en al-
15 liage de zirconium renfermant de l'étain, du fer, du chrome et éventuellement du nickel tels que les alliages Zircaloy 2 ou Zircaloy 4. Il en est de même pour les bouchons venant fermer les tubes de gainage à leurs deux extrémités.

D'autres alliages tels que l'alliage connu sous l'appellation commerciale M5 renfermant essentiellement du zirconium et du niobium sont également utilisés pour la fabrication d'éléments d'assemblages de combustible sous la forme de produits plats ou de produits longs, massifs ou tubulaires.
20

De manière générale, les alliages de zirconium utilisés pour la fabrication d'éléments pour assemblages de combustible renferment au moins
25 97 % de zirconium en poids, le reste de la composition qui représente au plus 3 % en poids, à l'exception des impuretés dues à l'élaboration des alliages, pouvant être constitué de différents éléments et, en particulier, le fer, l'étain ou le niobium.

Les alliages de zirconium répondant à ces conditions relatives à leur
30 composition peuvent se présenter, suivant la température et les traitements thermiques qu'ils ont subis, sous l'une ou l'autre des deux formes allotropiques du zirconium, c'est-à-dire en phase alpha qui est la phase stable à

basse température du zirconium, à structure hexagonale compacte ou en phase bêta qui est la phase stable à haute température à structure cubique.

Dans certaines zones de température ou à l'issue de certains traitements, les alliages de zirconium, tels que les alliages techniques utilisés pour la fabrication d'éléments d'assemblages de combustible définis plus haut peuvent présenter une structure mixte alpha + bêta.

L'élaboration de produits tubulaires en alliage de zirconium est généralement réalisée par extrusion d'une billette qui est elle-même obtenue à partir d'un lingot par des opérations de formage et éventuellement d'usinage.

L'élaboration de produits longs massifs (barres) est généralement réalisée par laminage à chaud, puis martelage à froid de demi-produits obtenus à partir d'un lingot.

De manière habituelle, on réalise la coulée d'un lingot de grandes dimensions ayant par exemple un diamètre compris entre 400 mm et 700 mm et généralement entre 600 mm et 660 mm. On forge le lingot en phase β à une température comprise entre 1000°C et 1100°C et généralement vers 1050°C dans le cas du Zircaloy 4, pour obtenir un produit intermédiaire tel qu'une barre ou un produit à section carrée ou octogonale dont le diamètre de la section transversale (ou le diamètre du cercle circonscrit à la section transversale) est compris entre 250 mm et 400 mm. Par exemple, dans le cas d'une section octogonale, celle-ci peut présenter une diagonale d'une longueur de l'ordre de 350 mm qui correspond au diamètre du cercle circonscrit.

On forge ensuite le produit intermédiaire, en phase α , à une température comprise entre 700°C et 800°C, par exemple, de manière typique à 750°C jusqu'à l'obtention d'une barre ayant un diamètre de 100 mm à 250 mm (et de manière typique un diamètre de 205 mm).

On trempe ensuite depuis la phase β (de manière typique depuis une température comprise entre 1000°C et 1150°C), soit la barre telle qu'obtenue dans la phase précédente de forgeage, soit un bloc constitué par un tronçon de barre découpée, soit une billette constituée par un bloc percé suivant sa direction axiale.

Enfin, pour obtenir un produit tubulaire, on réalise une extrusion d'une billette qui peut être soit la billette trempée obtenue dans la phase précédente, soit une billette usinée à partir d'une barre trempée obtenue lors de l'étape précédente du procédé de fabrication.

5 Pour obtenir un produit long massif, on effectue un laminage à chaud à partir d'une barre trempée.

Dans tous les cas, préalablement à l'opération d'extrusion permettant d'obtenir le produit tubulaire final, ou à l'opération de laminage à chaud permettant d'obtenir une barre de faible diamètre, on élabore un demi-produit sous la forme d'une barre, d'un bloc ou d'une billette par un procédé d'élabo-
10 ration comportant une première étape de forgeage en phase β du lingot de départ et une seconde étape de forgeage en phase α du produit intermédiaire obtenu à la suite de la première étape de forgeage en phase β .

Le procédé de transformation connu qui vient d'être décrit comporte
15 une première étape de forgeage en phase β à une température élevée comprise entre 1000°C et 1100°C. Après cette première étape de forgeage, le produit intermédiaire obtenu est refroidi au moins jusqu'à la température de forgeage en phase α et généralement jusqu'à une température ambiante, du fait que la seconde étape de forgeage en phase α n'est pas effectuée immé-
20 diatement après la première étape de forgeage en phase β .

Le forgeage à très haute température du lingot est une opération coûteuse et délicate.

En outre, pendant le chauffage du lingot pour l'amener à une température de 1000°C à 1100°C avant la première étape de forgeage, le lingot
25 intermédiaire peut absorber de l'hydrogène au contact d'air humide ou d'eau, l'hydrogène se fixant dans le matériau sous forme d'hydrures.

De manière générale, la présence d'hydrures dans le matériau sous forme de gros précipités est néfaste en ce qui concerne la formabilité à froid et la tenue à la corrosion des produits.

30 Le but de l'invention est de proposer un procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium contenant en poids au moins 97 % de zirconium, destiné à l'élaboration d'au moins un produit long, dans lequel on élabore un lingot de grandes dimensions, par coulée de l'alliage de zirco-

nium, puis le demi-produit destiné à être soumis à un formage pour obtenir le produit long, par forgeage du lingot de grandes dimensions en deux étapes, ce procédé permettant de simplifier et de rendre moins coûteuse la fabrication du produit long et de limiter à des niveaux faibles la présence d'hydrures dans le demi-produit et donc dans le produit long final.

Dans ce but, la première étape de forgeage du lingot de grandes dimensions est réalisée à une température à laquelle l'alliage de zirconium est dans un état comportant les phases cristallines α et β de l'alliage de zirconium.

Selon des modalités particulières :

- la première étape de forgeage est réalisée à une température comprise entre 850°C et 950°C ;

- la première étape de forgeage est réalisée à une température d'environ 900°C ;

- la première étape de forgeage est réalisée à une température comprise entre 600°C et 950°C ;

- la seconde étape de forgeage est réalisée à une température à laquelle l'alliage de zirconium d'un produit intermédiaire obtenu par la première étape de forgeage du lingot est en phase α ;

- la seconde étape de forgeage est réalisée à une température à laquelle l'alliage de zirconium d'un produit intermédiaire obtenu à l'issue de la première étape de forgeage du lingot est dans un état comportant les phases cristallines α et β de l'alliage de zirconium ; et

- l'alliage de zirconium renferme au plus 3 % en poids au total d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments : étain, fer, chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium, à l'exception des impuretés inévitables.

Selon l'invention est également relative à :

- l'utilisation du procédé pour la fabrication d'un demi-produit tel qu'une barre ou une billette destinée à l'élaboration d'un produit tubulaire pour la réalisation d'un élément pour assemblage de combustible tel qu'un tube de gainage ou un tube-guide d'un assemblage de combustible pour un

réacteur nucléaire refroidi par de l'eau ou encore un élément d'assemblage de combustible pour un réacteur CANDU ;

5 - ou à l'utilisation du procédé pour la fabrication d'une barre destinée à la fabrication d'une barre à bouchons de faible diamètre pour la réalisation de bouchons de fermeture des extrémités de tubes de gainage de crayons d'assemblage de combustible pour réacteur nucléaire.

10 Afin de bien faire comprendre l'invention, on va décrire un procédé de fabrication d'un demi-produit destiné à l'élaboration de produits tubulaires, selon l'invention, de manière comparative avec le procédé selon l'art antérieur.

La figure 1 est un schéma montrant de manière simplifiée les différentes étapes du procédé de fabrication du demi-produit.

15 Sur la figure 1, on a représenté un lingot coulé 1 qui peut être un lingot de grandes dimensions dont le diamètre peut être compris entre 400 mm et 700 mm et la longueur entre 2 m et 3 m, qui est obtenu par coulée d'un alliage de zirconium utilisé pour la fabrication de produits tubulaires pour la réalisation d'éléments d'assemblage de combustible.

20 L'alliage de zirconium peut être par exemple un alliage Zircaloy 2 renfermant, en poids, de 1,2 % à 1,7 % d'étain, de 0,07 % à 0,20 % de fer, de 0,05 % à 0,15 % de chrome, de 0,03 % à 0,08 % de nickel, au plus 120 ppm de silicium et 150 ppm de carbone, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium à l'exception d'impuretés habituelles.

25 L'alliage pour fabriquer le produit long peut être également un Zircaloy 4 renfermant en poids, de 1,2 % à 1,7 % d'étain, de 0,18 % à 0,24 % de fer, de 0,07 % à 0,13 % de chrome, au plus 150 ppm de carbone, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium et des impuretés.

L'alliage de zirconium utilisé pour fabriquer le produit long peut être également un alliage de type M5 renfermant essentiellement du zirconium et du niobium.

30 Selon l'invention, on porte le lingot à une température à laquelle l'alliage de zirconium est en phase $\alpha + \beta$, pour réaliser la première étape de forgeage sur le lingot en phase $\alpha + \beta$.

Généralement, on réalise la première étape de forgeage à une température comprise entre 850°C et 950°C et, par exemple, de manière typique, à 900°C dans le cas du Zircaloy 4. A cette température, les alliages de zirconium tels que les Zircaloy sont en phase $\alpha + \beta$. Dans le cas des alliages zirconium-niobium tels que l'alliage M5, le domaine $\alpha + \beta$ s'étend dans une
5 plage de températures sensiblement plus large que dans le cas des alliages de type Zircaloy, cette plage allant de 600°C à 950°C.

On réalise le forgeage du lingot, comme dans le cas du procédé suivant l'art antérieur où ce forgeage était réalisé à haute température (par
10 exemple à 1050°C), jusqu'à l'obtention d'une barre ou d'un produit à section carrée ou octogonale inscrite dans un cercle d'un diamètre de 250 mm à 400 mm, de manière typique, dans un cercle de diamètre 350 mm.

La substitution d'un forgeage en phase $\alpha + \beta$ à un forgeage en phase β à plus haute température permet d'obtenir un produit intermédiaire dont les
15 caractéristiques sont analogues à celles du produit intermédiaire habituel obtenu par une première étape de forgeage en phase β .

L'abaissement de la température de forgeage, par exemple de 150°C, se traduit par des économies substantielles quant à la mise en œuvre du procédé de fabrication.

20 En outre, le forgeage peut être réalisé en utilisant des outillages classiques, compte tenu d'une adaptation peu importante du procédé de forgeage.

Dans le cas des alliages au zirconium-niobium tels que le M5, il est possible de réaliser le forgeage à une température sensiblement inférieure à
25 900°C, le domaine $\alpha + \beta$ de l'alliage s'étendant depuis la température de 600°C, jusqu'à 950°C.

Dans une première variante de l'invention, on peut réaliser la seconde phase du procédé de forgeage pour obtenir le demi-produit à partir du produit intermédiaire, de la même façon que dans le cas du procédé connu selon l'art antérieur, c'est-à-dire effectuer un second forgeage en phase α à
30 une température comprise entre 700°C et 800°C, pour obtenir une barre ayant un diamètre compris entre 100 mm et 250 mm.

Selon une seconde variante du procédé, il est possible de réaliser la seconde étape de forgeage pour obtenir le demi-produit sous la forme d'une barre, à la même température que la première étape de forgeage, c'est-à-dire sur le produit en phase $\alpha + \beta$.

5 Sur la figure, on a représenté de manière schématique l'installation de forgeage permettant de mettre en œuvre la première étape de forgeage 2 sur le lingot 1 à une température à laquelle le lingot 1 est en phase $\alpha + \beta$. On obtient en sortie de la première étape de forgeage 2 un produit intermédiaire 3' constitué par une barre ou un produit à section carrée ou octogonale qui
10 est soumis à une seconde étape de forgeage 4 pour obtenir le demi-produit 3 sous la forme d'une billette ou d'une barre à partir de laquelle on peut obtenir, par extrusion ou laminage à chaud, le produit long final.

Les outillages mis en œuvre dans la première étape de forgeage 2 en phase $\alpha + \beta$ et dans la seconde étape de forgeage 4 peuvent être des outils
15 classiques utilisés dans le cadre d'un procédé selon l'art antérieur dans lequel la première étape 2 est réalisée sur le lingot 1 en phase β et la seconde étape 4 sur le produit intermédiaire 3' en phase α .

Dans le cas de l'invention, la seconde étape de forgeage 4 peut être réalisée à la même température que la première étape de forgeage 2, le
20 produit intermédiaire 3' étant en phase $\alpha + \beta$.

La seconde étape 4 peut être également réalisée en phase α , comme dans le cas du procédé de l'art antérieur.

Le produit intermédiaire 3' obtenu après la première étape de forgeage en phase $\alpha + \beta$ peut être soumis à une étape de refroidissement d'un
25 type quelconque.

Le produit intermédiaire 3' peut être immédiatement porté à la température de la seconde étape de forgeage, c'est-à-dire à une température à laquelle le produit est en phase α ou en phase $\alpha + \beta$.

Dans le cas où les deux étapes de forgeage sont réalisées en phase
30 $\alpha + \beta$, on peut prévoir un maintien en température du produit entre les deux étapes du forgeage.

Le forgeage en deux étapes du lingot 1 permet d'obtenir une barre ou une billette dont le diamètre est compris entre 100 et 250 mm qui constitue le demi-produit qui est ensuite soumis à l'opération d'extrusion ou de laminage à chaud pour obtenir une pièce tubulaire ou une barre de faible diamètre qui peut être utilisée pour la fabrication d'éléments pour des assemblages de combustible pour réacteur nucléaire.

On a pu observer, en effectuant des analyses sur le demi-produit 3 ou sur des produits longs obtenus à partir du demi-produit que la quantité d'hydrures contenus dans l'alliage obtenu par le procédé suivant l'invention est sensiblement inférieure à la quantité d'hydrures contenus dans un produit suivant l'art antérieur.

En outre, le demi-produit ou les produits longs finaux obtenus à partir de ce demi-produit présentent des caractéristiques de structure et mécaniques sensiblement analogues à celles de produits obtenus par un procédé suivant l'art antérieur.

En particulier, les propriétés de tenue à la corrosion et de formabilité des produits tubulaires réalisés à partir du demi-produit selon l'invention sont sensiblement supérieures à celles d'un produit obtenu par le procédé selon l'art antérieur.

L'un des avantages du procédé suivant l'invention est de simplifier le processus de fabrication du demi-produit en limitant la température de forgeage, lors de la première étape de forgeage et en supprimant éventuellement un refroidissement après la première étape de forgeage. On obtient ainsi une réduction de coût et de durée dans la mise en œuvre du procédé.

Dans le cas des alliages Zircaloy 2 et Zircaloy 4, ou de tout autre alliage de zirconium renfermant de l'étain, le passage en phase $\alpha + \beta$ de l'alliage, pour réaliser la première étape et éventuellement la seconde étape du procédé selon l'invention, peut entraîner la formation de ségrégations d'étain. Toutefois, on peut effacer ces ségrégations, lors de traitements ultérieurs dans le cadre de l'élaboration du produit tubulaire final à partir du demi-produit. Il en est de même des éléments oxygène et azote.

Dans le cas où l'on applique le procédé de l'invention à des alliages au niobium, comme indiqué plus haut, la transition entre les domaines α et

$\alpha + \beta$ étant voisine de 600°C, la température de forgeage en phase $\alpha + \beta$ peut être sensiblement inférieure à 900°C, en tenant compte toutefois des propriétés de malléabilité de l'alliage à la température de forgeage.

L'application du procédé suivant l'invention à d'autres alliages de zirconium que les Zircaloy ou les alliages au niobium pourrait être envisagée. Ces alliages renferment de manière générale au plus 3 % en poids d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments d'addition : étain, fer, chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'alliage étant constitué par du zirconium et des impuretés inévitables.

L'invention s'applique en particulier à la fabrication de produits tubulaires en alliage de zirconium pour la réalisation d'éléments d'assemblages de combustible tels que des tubes de gainage renfermant des pastilles de combustible ou des tubes-guides pour assemblages de combustible.

L'invention s'applique également à la fabrication de barres à bouchons pour la réalisation de bouchons de fermeture des extrémités des tubes de gainage de crayons d'assemblages de combustible.

Pour obtenir les produits finaux à partir du demi-produit, il peut être nécessaire d'effectuer des opérations ultérieures au filage, extrusion ou laminage à chaud du demi-produit, telles qu'un laminage à pas de pèlerin, des traitements thermiques pouvant être effectués de plus entre les opérations de formage.

L'invention ne se limite pas strictement aux modes de réalisation qui ont été décrits.

La température du forgeage en phase $\alpha + \beta$ dépend de la composition de l'alliage de zirconium. Les opérations de formage peuvent être réalisées en utilisant les moyens habituels pour le formage en phase α ou en phase β du procédé de l'art antérieur ou d'autres moyens adaptés au forgeage en phase $\alpha + \beta$ en une seule ou en deux étapes, pour obtenir le demi-produit.

L'invention s'applique de manière générale à tout produit en alliage technique de zirconium défini par les limites de composition données plus haut.

REVENDEICATIONS

1.- Procédé de fabrication d'un demi-produit (3) en alliage de zirconium contenant en poids, au moins 97 % de zirconium, destiné à l'élaboration d'au moins un produit long, dans lequel on élabore un lingot (1) de grandes dimensions par coulée de l'alliage de zirconium, puis le demi-produit (3) destiné à être soumis à un formage pour obtenir le produit long, par forgeage du lingot de grandes dimensions (1) en deux étapes, caractérisé par le fait que la première étape de forgeage (2) du lingot (1) de grandes dimensions est réalisée à une température à laquelle l'alliage de zirconium est dans un état comportant les phases cristallines α et β de l'alliage de zirconium.

2.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par le fait que la première étape de forgeage (2) est réalisée à une température comprise entre 850°C et 950°C.

3.- Procédé suivant la revendication 2, caractérisé par le fait que la première étape de forgeage est réalisée à une température d'environ 900°C.

4.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé par le fait que la première étape de forgeage est réalisée à une température comprise entre 600°C et 950°C.

5.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que la seconde étape de forgeage est réalisée à une température à laquelle l'alliage de zirconium d'un produit intermédiaire (3') obtenu par la première étape de forgeage (2) du lingot (1) est en phase α .

6.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait que la seconde étape de forgeage est réalisée à une température à laquelle l'alliage de zirconium d'un produit intermédiaire (3') obtenu à l'issue de la première étape de forgeage (2) du lingot (1) est dans un état comportant les phases cristallines α et β de l'alliage de zirconium.

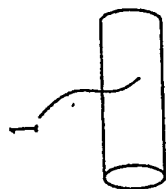
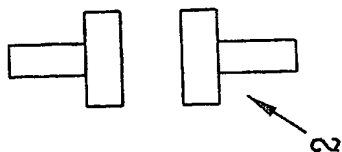
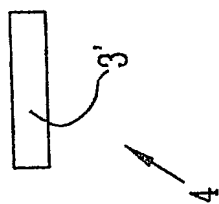
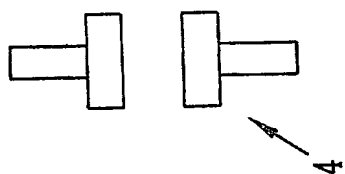
7.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé par le fait que l'alliage de zirconium renferme au plus 3 % en poids au total d'éléments d'addition constitués par l'un au moins des éléments : étain, fer, chrome, nickel, oxygène, niobium, vanadium et silicium, le reste de l'al-

liage étant constitué par du zirconium, à l'exception des impuretés inévitables.

5 8.- Utilisation du procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, pour la fabrication d'un demi-produit tel qu'une barre ou une billette destinée à l'élaboration d'un produit tubulaire pour la réalisation d'un élément pour assemblage de combustible tel qu'un tube de gainage ou un tube-guide d'un assemblage de combustible pour un réacteur nucléaire refroidi par de l'eau ou encore un élément d'assemblage de combustible pour un réacteur CANDU.

10 9.- Utilisation du procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, pour la fabrication d'une barre destinée à la fabrication d'une barre à bouchons de faible diamètre pour la réalisation de bouchons de fermeture des extrémités de tubes de gainage de crayons d'assemblage de combustible pour réacteur nucléaire.

1/1



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 27060

Vos références pour ce dossier (facultatif)

N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL

BFF 02/0156

03 00317

TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

Procédé de fabrication d'un demi-produit en alliage de zirconium pour l'élaboration d'un produit long et utilisation.

LE(S) DEMANDEUR(S) :

COMPAGNIE EUROPEENNE DU ZIRCONIUM-CEZUS

DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :

1 Nom		BARBERIS	
Prénoms		Pierre, Joseph, Georges	
Adresse	Rue	309 chemin des Cèdres	
	Code postal et ville	73400 UGINE FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
2 Nom		RIZZI	
Prénoms		Noël, Joseph	
Adresse	Rue	496 route de la Gare	
	Code postal et ville	74210 DOUSSARD FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			
3 Nom		ROBBE	
Prénoms		Xavier, Bernard	
Adresse	Rue	95, place de l'Europe	
	Code postal et ville	73200 ALBERTVILLE FRANCE	
Société d'appartenance (facultatif)			

S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre de pages.

DATE ET SIGNATURE(S)

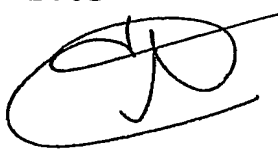
DU (DES) DEMANDEUR(S)

OU DU MANDATAIRE

(Nom et qualité du signataire)

Paris, le 19 février 2003

C. JACOBSON
n° 92.1119



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.